

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Abstract of Japanese patent laid-open publication No. Sho 48-64222

This invention relates to new naphthalate polyester fibers which comprise naphthalate polyester which contains more than 95mol% of ethylene-2,6-naphthalate units and has a limit viscosity of 0.45~10.



① 日本国特許庁
公開特許公報

特 許 願 (3)

昭和46年2月15日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

ナイロンセリ センイ
耐熱性ポリエステル繊維

2. 発明者

ナイロンセリ
山形県岩手郡山形町三丁目1の40 (ほか2名)

3. 発明者代理人

大阪市北区新堀1番地
(990) 法人株式会社
代表者 大 塚 洋 子

4. 代 理 人

東京都千代田区千代田1丁目1番1号
(阪 野 ビル)
法人 株式会社
(6572) 代表者 廣 弘 隆
昭和46年(1971) 4 月 15 日

方式表 ①

5. 発明書の内容

(1) 明 細 書 1 通
(2) 図 面 1 通
(3) 表 紙 1 通

46 100654



明 細 書

1. 発明の名称

耐熱性ポリエステル繊維

2. 特許請求の範囲

ニテレンー2,6-ナフタレート単位を95モル以上含み且つ機械強度が0.45〜1.0であるナフタレートポリエステルからなり、X線回折におけるブラッグ反射角 2θ が 18.7° と $2\theta-15.8^\circ$ との相對強度比(R)が1.73を越える0.0を越えない範囲内にあり且つ融点が 275°C 以上であることを特徴とする耐熱性ポリエステル繊維。

3. 発明の詳細な説明

本発明は耐熱性耐熱性ポリエステル繊維に関する。更に詳しくは特定のナフタレートポリエステルからなる新規な耐熱繊維を有する耐熱性ポリエステル繊維に関する。

ニテレンー2,6-ナフタレート単位を主たる再

①特開昭 48-64222

②公開日 昭48.(1973) 9. 1

③特願昭 46-100854

④出願日 昭46.(1971)12. 1

審査請求 未請求

庁内整理番号

⑤日本分類

6358 47

42 D12

は、ポリエチレンテトラフルレート繊維の機械的強度及び熱的性質においてすぐれたため、ゴム繊維材、電気絶縁材等の繊維として注目されている。

しかしながら、従来のナフタレートニテレンー2,6-ナフタレート単位を95モル以上含み且つ機械強度が特定の範囲内にありテトラフルレートポリエステルからなり、機械的強度と若くは高い融点を持つナフタレートニテレンー2,6-ナフタレート単位を主たる再

本発明者は、他国での使用に耐えるニテレンー2,6-ナフタレート単位を95モル以上含み且つ機械強度が特定の範囲内にありテトラフルレートポリエステルからなり、機械的強度と若くは高い融点を持つナフタレートニテレンー2,6-ナフタレート単位を主たる再

加ち、本発明の新規な耐熱性ポリエ

セル多以上含有し且つ強熱安定が $45 \sim 100$ であるナフタレートポリエステルから取り、X線回折におけるブラグ反射角 $2\theta = 15^\circ$ と $2\theta = 15.5^\circ$ との相対回折強度比が $1:3$ を超え 500 を超えない範囲内にあり且つ融点 275°C 以上であることを特徴とするものである。

本発明の樹脂を構成する重合体は、ポリエチレンー2,6-ナフタレート又は5モル%以下の第3成分を含む共重合ポリエチレンー2,6-ナフタレートである。一般にポリエチレンー2,6-ナフタレートはナフタレンー2,6-ジカルボン酸又はその酸塩基的誘導体とエチレンジグリコール又はその酸塩基的誘導体とを、酸媒の存在下で適当な反応条件の下に結合せしめることによつて合成される。この場合、ポリエチレンー2,6-ナフタレートの重合完結時に適当な1種又は2種以上の第3成分を添加すれば共重合又は混合ポリエステルが合成されるが、適当な第3成分としては例2種のエステル形成官能基を有する

- 3 -

ーヒドロキシエトキシフエニル)プロペン、ポリ
 アルキレングリコール、アークエニレンビス
 (ジメチルシタロヘキサン)などのオキシ化合
 物、或はその機能の誘導体、前記カルボン酸類、
 オキシカルボン酸類、オキシ化合物類又はその
 機能の誘導体から製造せられる高重合化合物
 などや、同一個のエステル形成官能基を有する
 化合物、例えば安息香酸、ベンゾイル安息香酸、
 ペンタールオキシ安息香酸、メトキシポリアルキ
 レングリコールなど、5個以上のエステル形
 成官能基を有する化合物、例えばグリセリン、
 ペンタエリスリトール、トリメタロールプロパ
 ンなども実質的に難状である程度に使用せられ
 る化合物としてあげられる。又、前記ポリエス
 テル中に二酸化チタンなどの難溶解性酸、
 亜リン酸及びそれらのエステルなどの安定剤が
 含まれてもよいことはいうまでもない。但し、
 これらの第3成分の共存比率は5モル%以下
 とすべきであり、共存比率がこれより多い場

化合物；例えば、シロウ酸、コハク酸、
ン酸、セバシン酸、ダイマー酸などの
カルボン酸；シクロプロパンジカルボ
タロブタンジカルボン酸、ヘキサヒド
タル酸などの脂肪族ジカルボン酸；ブ
イソブタル酸、ナフタレン-2,7-ジ
酸、ジフェニルジカルボン酸などの芳
ルボン酸；ジフェニルエーテルジカル
ジフェニルホルホンジカルボン酸、ジ
シエタンジカルボン酸、3,5-ジカル
ンゼンホルホン酸ナトリウムなどのカ
；タリコール酸、p-オキシエトキシ
などのオキシカルボン酸；プロピレ
ル、トリメチレンジリコール、ジエト
コール、テトラメチレンジリコール、
チレンジリコール、ネオペンチレン
p-オキシレンジリコール、1,4-シタ
ンジメタノール、ビスフェノール、
ジフェノキシスルホン、4-ビス（
オキシエトキシ）ベンゼン、2,2-ビス

— 4 —

伸縮性、弾性回復性等の性質を相対的に比較する場合が多く実用性ではない。

本発明の繊維は前記ナフタレトールのうち、縮合粘度〔 η 〕が0.45～1に作り解成される。不明融点のポリビニルアルコールとオルトジクロロベンゼンとの混合溶液（混合比6：4）に於て5℃で測定した粘度から求めた縮合粘度〔 η 〕が10を越えれば溶解粘度高くなつて繊維紡糸が可能となり、〔 η 〕未発では目的とする高粘度を有し、他の繊維が紡げないので不適切である。

本発明の織物の最大の特徴は新繊維を有することにある。この新繊維は、 α -ヒドロキシ酸による紡造方向の屈折率分布がほぼプラズマ反射角 $2\theta = 18^\circ$ にあけるX線と、 $2\theta = 15^\circ$ にあけるX線回折対称強度比 (R) が 1.73 を超えたり0.1範囲内にあることによつて特徴づけられる。

特開 第48-54222(3)

強度

X線回折法による赤道方向の回折強度分布曲線を示すグラフである。(測定条件は、電圧電流55kV・15mA、試料厚20mm、ニッケルフィルター使用、ダイバージェンススリット0.15mm、スキャタリングスリット1、レシービングスリット0.4mm、 $\lambda = 1.542$ Åとした)

図中の曲線(1)は本発明の繊維は回折強度分布曲線を示し、曲線(2)は従来のナフタレートポリエステル繊維(曲線2)はブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ 、 24.1° 及び 24.6° に回折強度ピークを有し、これらはメグネシウムナフタレートの(010)(100)(110)面反射によるものである(参照はChemical Abstracts 1967 Vol. 2参照)。即ち本繊維はブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ のピークが高く $2\theta = 15.5^\circ$ に飛んだピークがないため前述の相対回折強度比は約1.2となり極めて小さな値となる。

本発明に於て「ブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ と $2\theta = 15.5^\circ$ との相対回折強度比」は、次式によつて算出される値である。

$$\frac{I_{010} + I_{100} + I_{110}}{I_{010} + I_{100} + I_{110}}$$

但し、 I_{010} 及び I_{100} はそれぞれ繊維のX線回折強度分布曲線におけるブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ 及び $2\theta = 15.5^\circ$ での回折強度(曲線のピークの高さ)、 I_{110} 及び

- 7 -

I_{110} はそれぞれ非晶による回折分布曲線におけるブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ 及び $2\theta = 15.5^\circ$ での回折強度を意味す。

図面より明らかなように、従来のナフタレートポリエステル繊維(曲線2)はブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ 、 24.1° 及び 24.6° に回折強度ピークを有し、これらはメグネシウムナフタレートの(010)(100)(110)面反射によるものである(参照はChemical Abstracts 1967 Vol. 2参照)。即ち本繊維はブラグ反射角 $2\theta = 15.5^\circ$ のピークが高く $2\theta = 15.5^\circ$ に飛んだピークがないため前述の相対回折強度比は約1.2となり極めて小さな値となる。

これに対し、本発明の繊維(曲線1)は $2\theta = 15.5^\circ$ に強固のピークがあり、かつこのピークが $2\theta = 15.5^\circ$ のピークに比較してかなり大きいため、相対回折強度比は約1.2となり、従来の繊維に比較して著しく大きい値を示す。

本発明の繊維は前述の如き新築の物品製造と相まつて、従来のナフタレートポリエステル繊維

- 8 -

線より著しく高い強度をもち、その強度は少なくとも275以上、延伸は280以上の強度に存在する。

ここに言う「強度」とは、パーケンセルマー試験DSC-1型を用い、試料重0.5g、昇温速度10°C/分で測定した力-変曲線に於いて破断ピークが表わされる強度を指す。

かかる本発明の新築繊維は、強度が0.5~0.8g/φ、伸延25~10倍と、従来のナフタレートポリエステル繊維よりも高強度であるにも拘らず強度が大きいという利点を有する。

更に本発明の繊維は、乾熱280°Cで60分間定長無処理した後の強度減損率が75%以上であり、(従来の繊維は約40%程度である)、且つ伸度、ヤング率等も殆んど低下せず高強に於ける機械的性質の低下が小さいという利点があり、加えて、耐光性、耐加水分解性、ヤング率等も良好である。

従つて、本発明の繊維は、耐熱性及び機械的性質の要求される分野、例えば耐熱性衣料、イ

- 9 -

ンタレータ製品、ゴムやプラスチック等の補強材、ドライヤーコンベス、高強度体用フィルム、電気絶縁材料等の分野に特に有用である。

前述の如き新築の物品製造と高い強度をもつナフタレートポリエステル繊維は、例えば前記ナフタレートポリエステルを特殊な条件で溶解精製し、高濃度で引取ることにより製造することが出来る。即ち、初めに融し、耐熱孔として1孔当りの断面積が0.049~0.14mm²のものを使用し、且つ耐熱強度T₀をポリエステルの極限粘度[η]、耐熱孔1当りの断面積A(mm²)に於いて下記(1)式を同時に満足する範囲に設定し、 $28.6[\eta] + 301.4 \pm T \pm 35.7[\eta] + 279.5 \ln T \pm (75.8[\eta] - 88.6) \sqrt{A} + 53.14$ 且つ、耐熱孔の通過後(初出来糸が完全に溶解した状態での糸の断面)を2000~12000μm²好ましくは5000~10000μm²とすることによつて、前述の如き新築の物品製造することが出来る。

この方法によれば、耐熱性がすぐれ且つ繊維

- 10 -

特開 48-51222(4)

の性質もすぐれた本発明の耐熱性がポリエチレン繊維が、紡糸工程のみで製造できるため、生産性が高く、経済的にも有利である。

以下、本発明の実施例を述べる。例中の繊維強度、相対回折強度比(R)、融点はそれぞれ測定法による値であり、繊維強度はヤング率は試料長20cm、引張り断面積100mm²の条件で測定した値である(なお、伸長に伴うデニールの減少は考慮していない)。

実施例 1

繊維強度0.645のポリエチレン-2.6-ナフタレート系、孔径0.4mmの内層紡糸孔(断面積0.1256mm²)を用いる紡糸口金から、紡糸速度315で繊維を紡糸し、紡糸糸を24の引張速度で引取った。得られた繊維の特性を第1表に示す。

試料番号	引張り強度 g/100mm ²	相対回折強度比 R/40	繊維強度 g	ヤング率 g/mm ²	伸長率 %	R値	融点 ℃
1	1000	2.03	173	500	25.0	0.058	2670
2	3060	5.64	255	1580	2.0	4.56	2814
3	5000	6.19	116	1750	2.0	4.09	2905
4	7000	7.94	89	2050	2.0	5.16	2914

(第1表のうち実験系1は相対回折強度比(R)が1.73以下の比較例であり、実験系2~4は本発明の繊維である。)

実施例 2

繊維強度0.70のポリエチレン-2.6-ナフタレート系、孔径1.2mmの内層紡糸孔(断面積1.13mm²)を用いる紡糸口金を用い、繊維の紡糸速度で紡糸速度4000mm/minの速度で引取った。得られた繊維の特性を第2表に示す。

- 11 -

- 12 -

第 2 表

実験系	繊維強度 ℃	相対回折強度比 R/40	繊維強度 g	ヤング率 g/mm ²	伸長率 %	R値	融点 ℃
5	380	5.83	90	1680	3.0	0.292	2741
6	310	6.16	152	1580	2.1	4.50	2842
7	320	6.48	171	1570	2.0	4.41	2855
8	325	紡糸速度に 依存	紡糸速度に 依存	紡糸速度に 依存	紡糸速度に 依存	紡糸速度に 依存	紡糸速度に 依存

(第2表のうち実験系5, 8は比較例である)

次に、実験系7の繊維を例々の条件で乾燥処理を行い、繊維及びヤング率の特性を測定したその結果を次の第3表に示す。

第 3 表

乾燥条件	相対回折強度比 R/40	繊維強度 g	ヤング率 g/mm ²	伸長率 %
未乾燥	6.48	-	1570	-
150℃×60分	6.17	96	1480	9.2
250℃×60分	5.98	925	1570	100
280℃×60分	4.92	746	1480	9.2

繊維の第1~2表より、本発明の繊維は強度が高く伸長率が大きく且つヤング率も小さい。

- 13 -

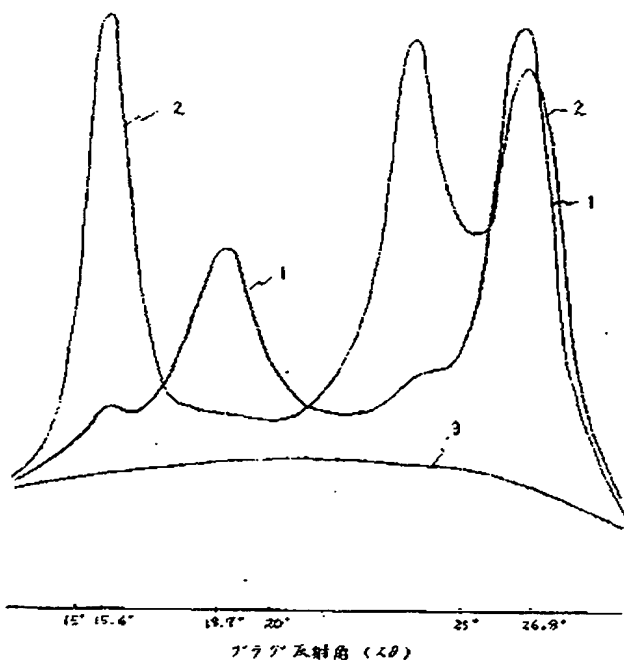
- 14 -

-102-

発明 昭48-64222 (9)

6 記載以外の発明者

イワタニカブラマ	フジ	ワタ	ヨシ	オ
山口県岩国市1丁目6の5	藤	原	橋	郎
オノチ	タ	カ	シ	ワ
山口県岩国市馬場町1丁目28番4-101	朗	川	田	郎



手続補正書 (方式)

昭和47年4月6日

特許庁長官様

1 補正の表示

特許出 46-100854 号

2 発明の名称

耐熱性ポリエスチレン樹脂

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪市北区梅田1番地

(300) 市入 株式会社

4 代理人

大阪市中央区西船場2丁目1番1号

(監理人)

市入 株式会社 市入

(6572) 市入 株式会社 市入

市入 株式会社 市入

5 補正理由の目録

昭和47年5月28日

6 補正の対照

出願書の「発明の詳細な説明」の欄及び「出

願の図面の説明」の欄

7 補正の内容

- 2 -

- (1) 明細書第4頁第5行目の「発明者」とあるを「発明者」と訂正する。
- (2) 同第4頁下から7行目の「ジエレン」とあるを「ジエチレン」と訂正する。
- (3) 同第7頁第6行目の「0.44mm」とあるを「0.40mm」と訂正する。
- (4) 同第7頁第8行目の「本発明の機械は」とあるを「本発明の機械の」と訂正する。
- (5) 同第8頁第9行目の「Chemical Process Rec (1967)」とあるを「Chemical Process Rec 17/42 (1967)」と訂正する。
- (6) 同第12頁第1段中の「沸水収縮」とあるを「沸水収縮」と訂正する。
- (7) 同第12頁第3段第3行目の「478」とあるを「478」と訂正する。
- (8) 同第12頁下から4行目の「113mm」とあるを「113mm」と訂正する。
- (9) 同第14頁第3行と第4行との間に入りの文を挿入する。

- 2 -

- 1 -

-103-